

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年4月23日(23.04.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/080110 A1

(51) 国際特許分類:

C07F 7/08 (2006.01) C10N 20/02 (2006.01)
C10M 105/76 (2006.01) C10N 30/08 (2006.01)

Kazuhiko); 〒3058560 茨城県つくば市梅園 1
- 1 - 1 中央第 1 国立研究開発法人産
業技術総合研究所内 Ibaraki (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2019/038935

(22) 国際出願日: 2019年10月2日(02.10.2019)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:

特願 2018-197363 2018年10月19日(19.10.2018) JP

(71) 出願人: 国立研究開発法人産業技術総合研
究所(NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED
INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY)
[JP/JP]; 〒1008921 東京都千代田区霞が関
1丁目3番1号 Tokyo (JP).

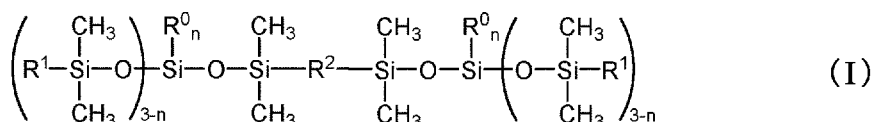
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,
DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,
TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,

(72) 発明者: 谷 田 部 哲 夫 (YATABE Tetsuo);
〒3058560 茨城県つくば市梅園 1 - 1 - 1
中央第 1 国立研究開発法人産業技術総
合研究所内 Ibaraki (JP). 佐藤 一彦 (SATO

(54) Title: SYNTHETIC LUBRICATING OIL

(54) 発明の名称: 合成潤滑油



(57) Abstract: Provided is a synthetic lubricating oil having a 100°C dynamic viscosity of 4.0-9.0 mm²/s and a viscosity index of 250 or greater. The synthetic lubricating oil is characterized by comprising a compound represented by formula (I) or a mixture of compounds represented by formula (I). The synthetic lubricating oil is further characterized by having a 100 ° C dynamic viscosity of 4.0-9.0 mm²/s and a viscosity index of 250 or greater. (In the formula, R⁰ is a methyl or phenyl group; R¹ is an optionally substituted, linear or branched, hydrocarbon group having 3-10 carbon atoms, and the R¹ moieties may be the same or different; R² is a linear or branched, divalent hydrocarbon group having 6-12 carbon atoms; and n is 0 or 1.)

(57) 要約: 100℃の動粘度が4.0~9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上の合成潤滑油を提供する。合成潤滑油は、下記式(I)で表される化合物又は化合物の混合物からなることを特徴とする。また、100℃の動粘度が4.0~9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上であることを特徴とする。(式中、R⁰はメチル基又はフェニル基である。R¹は、置換基を有していてもよい炭素数3~10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であってもよいし、異なってもよい。R²は、炭素数6~12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。nは0又は1である。)

[続葉有]

DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT,
LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS,
SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,
GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称： 合成潤滑油

技術分野

[0001] 本発明は、各種潤滑油や潤滑油組成物の主要成分などとして有用な合成潤滑油や潤滑油組成物に関する。特に、常温から100℃程度までの高温での潤滑性が比較的良好で、かつ、粘度指数が250以上の合成潤滑油や該合成潤滑油を含む潤滑油組成物に関する。

背景技術

[0002] 近年、自動車、家電、電子機器、工業用機械等の様々な産業分野で使用されている装置や機械では、潤滑油の性能向上や適切に調整された潤滑性能が求められている。すなわち、装置や機械の高速化、小型化等の従来装置等の改良だけでなく、様々な分野において新規に開発されたそれぞれの装置や機械に応じて、より過酷な使用条件に耐えうる潤滑性能だけでなく、装置や機械により適切に調整された潤滑性能が必要とされるようになってきている。

[0003] 潤滑油は、通常、基油（ベースオイル）と用途に応じた添加剤からなる。基油は、潤滑油の基本的な特性を支配する基材で、鉱物油と合成油等である。

鉱物油は、石油の潤滑油留分を精製したもので、一般に安価なものであり、従来から現在に至るまで幅広く使用されている（非特許文献1参照）。しかしながら、鉱物油は、耐熱性に劣り、また、酸化、劣化しやすく、耐久性に劣る面が存在する。さらに、分子構造にばらつきがあるため、各々の装置や機械に高度に適合した潤滑性能を得るのが困難化してきている。耐熱性や耐久性を改善するため、各種添加物を配合することもなされているが、装置や機械の種類、用途によっては、添加剤の配合が制約される場合も存在する。

[0004] これに対し、合成油は、高度で複雑な過程を経て生成され、不純物が可能な限り排除されており、比較的耐熱性が高くばらつきの少ない潤滑性能が得

られるとされている。合成油は、鉱物油に較べコスト高になるものの、今日まで用途や使用態様等に応じて、炭化水素系、エステル系、エーテル系、シリコン系、フッ素系などのものが開発、使用されてきている（非特許文献1参照）。

[0005] 合成油は、上述のとおり、比較的耐熱性が高くばらつきの少ない潤滑性能が得られるが、近年、装置や機械の運転において更なる省エネ化、省燃費化の要望が益々高まっており、従来の合成油よりも、温度変化に対して粘度変化が格段に小さい、すなわち、粘度指数が著しく高い合成油が要望されている。

[0006] しかしながら、現状、例えば、自動車等に使用されているPAO（ポリ- α -オレフィン）合成油は、粘度指数が120～140程度に止まっている。また、エステル系合成油の多くは粘度指数が120～150程度である。非特許文献2には、エステル合成油の製品名と粘度特性が記載されており、その中には粘度指数が200～220であるものがあるが、化学構造式は示されていない。

[0007] これに対し、非特許文献3、4には、化学構造式が明確に示され、分岐状のシロキサン構造を有する合成油が、100℃の動粘度が2.0～7.0 mm²/s程度であり、粘度指数が220～250であることが記載されている。加えて、100℃の動粘度が2.0～6.0 mm²/s程度であり、粘度指数が240～290である合成油も記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1：特開2017-19745号公報

特許文献2：米国特許公開2017/233417

非特許文献

[0009] 非特許文献1：<https://www.juntsu.co.jp/qa/qa0111.php>

非特許文献2：油化製品総合カタログ，日油株式会社，2017，pp.13-15.

非特許文献3：トライボロジスト，2018，63（5），pp.332-337.

非特許文献4：トライボロジー会議2017秋 予稿集，2017，F30.

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0010] 上記のシリコン系合成油において、粘度指数が250以上のものが得られている。しかしながら、この合成油の100℃の動粘度は2.0～3.0 mm²/s程度であり、自動車等での使用においては比較的低い値である。また、上記特許文献1、2にも、高粘度指数の合成油とすることについて全く記載されていない。このように、高温潤滑用途に利用し得る潤滑性能としての、100℃の動粘度が3.0 mm²/s以上であり、かつ、粘度指数が250以上となる合成油については知られていない。

[0011] 本発明は、上述のような従来技術やその問題点を背景としてなされたものであり、100℃の動粘度が4.0～9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上となる合成潤滑油や潤滑油組成物の基油などとして有用な新規な化合物を提供することを課題とする。

また、本発明は、100℃の動粘度が4.0～9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上となる合成潤滑油や該合成潤滑油を含む潤滑油組成物を提供することを課題とする。

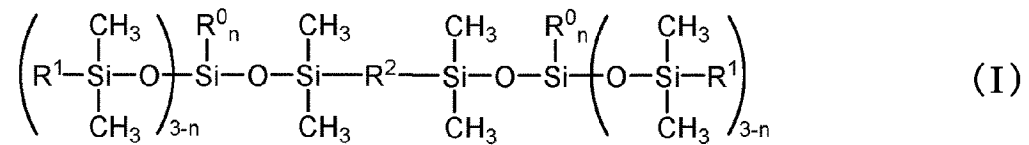
課題を解決するための手段

[0012] 本発明者は、各種の試験、研究過程において、前記課題を解決するために鋭意研究の結果、下記式(1)で表される化合物からなる合成油が100℃の動粘度4.0～9.0 mm²/s程度、粘度指数250以上の潤滑性能を発揮することなどを知見した。

[0013] 本発明は、上述の課題の下での前記のような知見に基づいて完成に至ったものであり、本件では、次のような発明が提供される。

<1>下記式(1)で表される化合物。

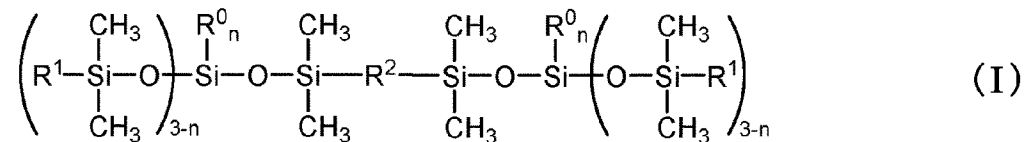
[化1]



(式中、 R^0 はメチル基又はフェニル基である。 R^1 は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。 R^2 は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 n は0又は1である。)

<2>下記式(I)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

[化1]



(式中、 R^0 はメチル基又はフェニル基である。 R^1 は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。 R^2 は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 n は0又は1である。)

<3>100℃の動粘度が4.0～9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上である<2>に記載の合成潤滑油。

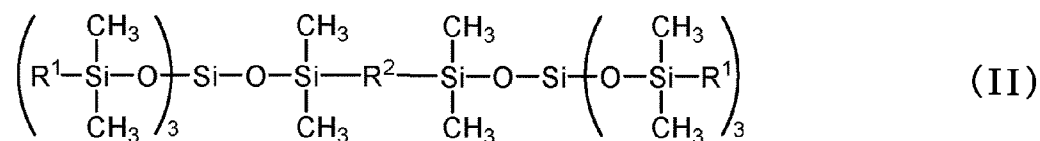
<4><2>又は<3>に記載の合成潤滑油を含む潤滑油組成物。

<5><2>又は<3>に記載の合成潤滑油を基油とする潤滑油組成物。

[0014] 本発明は、次のような態様を含むことができる。

<6>下記式(II)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

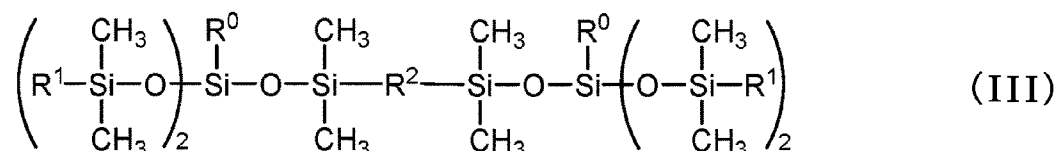
[化2]



(式中、6個のR¹は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状アルキル基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。R²は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状アルキレン基である。)

<7>下記式(III)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

[化3]



(式中、R⁰はメチル基又はフェニル基である。4個のR¹は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状アルキル基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。R²は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状アルキレン基である。)

<8><6>又は<7>に記載の合成潤滑油を含む潤滑油組成物。

発明の効果

[0015] 本発明の合成潤滑油は、100℃の動粘度が4.0～9.0mm²/s、粘度指数が250以上の潤滑性能を有するものであり、常温から100℃を少なくとも多少超える高温の環境において好適に使用することができる。

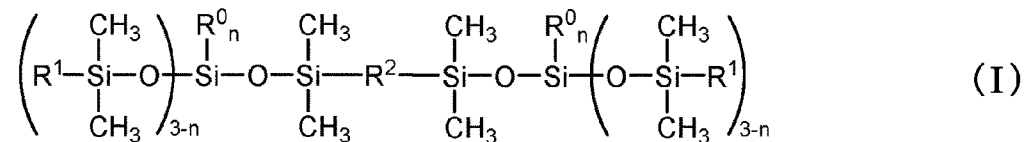
発明を実施するための形態

[0016] 以下、本発明の化合物や合成潤滑油、潤滑油組成物について、実施形態と実施例に基づいて説明する。なお、ふたつの数値の間に「～」を記載して数値範囲を表す場合には、これらのふたつの数値も数値範囲に含まれるものと

する。

[0017] 本発明の合成潤滑油は、一般式(Ⅰ)で表される化合物又は化合物の混合物からなるものであり、100℃の動粘度が4.0～9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上の潤滑性能を示す。

[化1]



(式中、R⁰はメチル基又はフェニル基である。R¹は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。R²は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。nは0又は1である。)

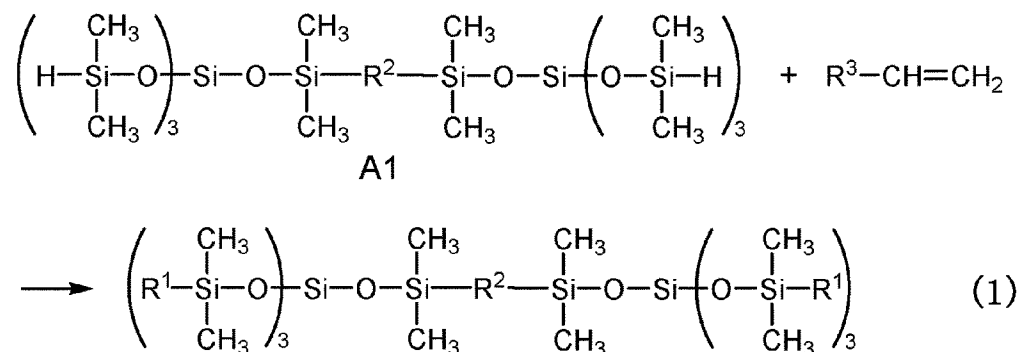
[0018] 上記R¹は、炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、アリール基、ハロゲン原子などの置換基を有していても良い。具体的には、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等を挙げることができる。好ましくは炭素数5～8の直鎖状アルキル基である。

[0019] 上記R²は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基であり、具体的には、ヘキサメチレン基、ヘプタメチレン基、オクタメチレン基、ノナメチレン基、デカメチレン基等のアルキレン基を挙げることができる。好ましくはヘキサメチレン基、オクタメチレン基である。

[0020] 本発明の合成潤滑油は、どのような方法で製造しても良いが、例えば、J. A. m. Chem. Soc., 1999, 121(15), pp. 3693-3703に開示された合成法に準じて、下記式(1)又は(2)のように、化合物A1又はA2と1-アルケンを反応させることにより製造することができる。

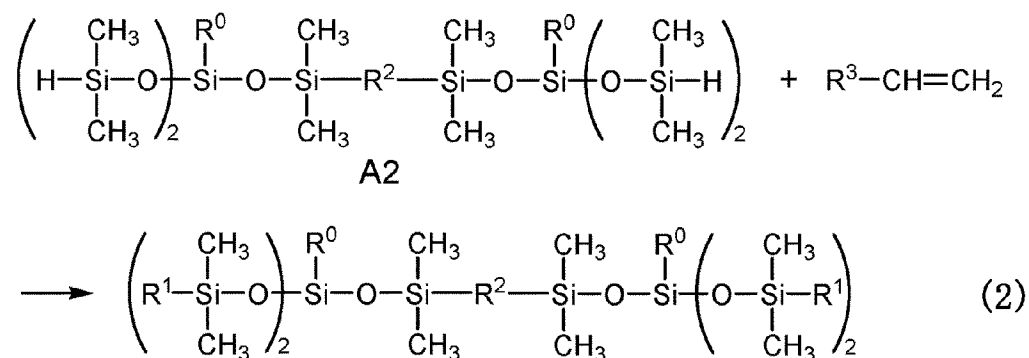
[0021]

[化4]



(式中、 R^1 は炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。 R^2 は炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 R^3 は炭素数1～8の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。)

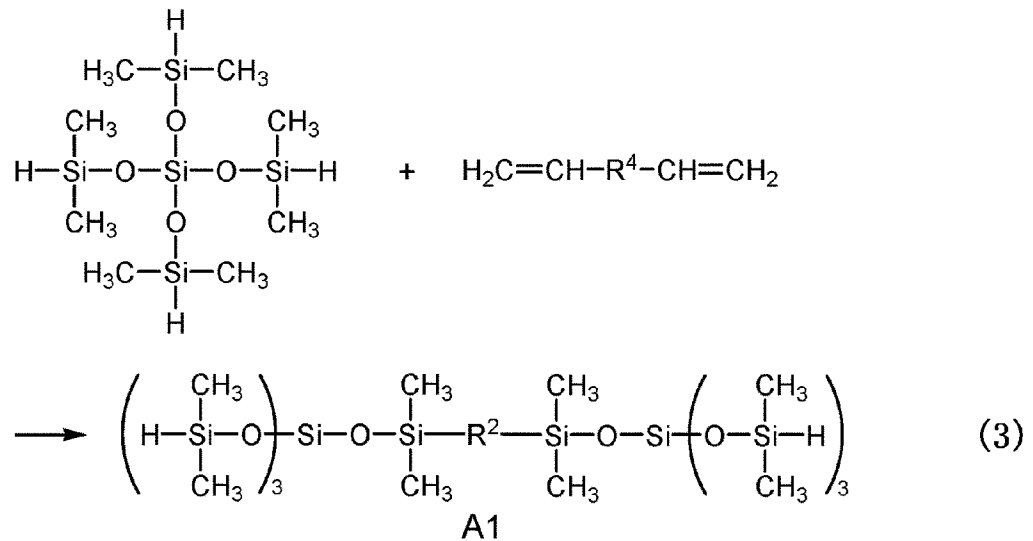
[0022] [化5]



(式中、 R^0 はメチル基又はフェニル基である。 R^1 は炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。 R^2 は炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 R^3 は炭素数1～8の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。)

[0023] 上記化合物A1又はA2は、例えば、特許文献1に開示された合成法に準じて、下記式(3)又は(4)のように、テトラキス(ジメチルシリルオキシ)シラン、メチルトリス(ジメチルシリルオキシ)シラン又はフェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シランとアルカジエンを反応させることにより製造することができる。

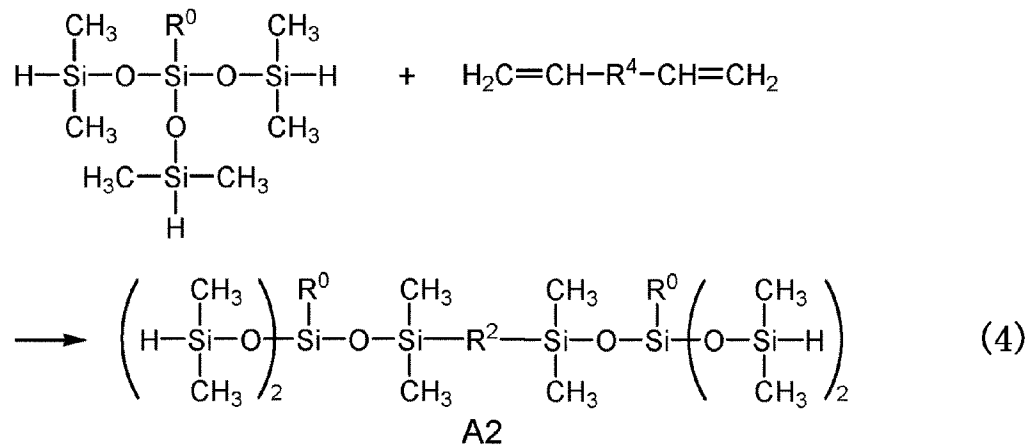
[0024] [化6]



(式中、 R^2 は炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。

R^4 は炭素数2～8の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。)

[0025] [化7]



(式中、 R^0 はメチル基又はフェニル基である。 R^2 は炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 R^4 は炭素数2～8の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。)

[0026] 本発明の合成潤滑油は、そのまま潤滑油として使用してもよいし、潤滑油組成物の基油(組成物の50wt%以上)としても使用できる。また、鉱物油や他の合成油の高温潤滑特性等の改善を目的とした添加成分(潤滑油組成

物の例えば 1 ～ 4 0wt%) として使用することもできる。

実施例

[0027] 以下、実施例に基づいて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例に何ら限定されるものではない。

[0028] [参考例 1]

< 1, 8-ビス {ジメチル [トリス (ジメチルシリルオキシ) シリルオキシ] シリル} オクタン (化合物 A 1) の合成 (式 3) >

窒素雰囲気下、テトラキス (ジメチルシリルオキシ) シラン (59.9 g, 182 mmol) 及び K a r s t e d t 触媒 (142 mg, Pt として 19.0 ～ 21.5 wt%) を含むトルエン (50 mL) 溶液に 1, 7-オクタジエン (5.07 g, 46.0 mmol) のトルエン (50 mL) 溶液を滴下し、室温で 8 時間攪拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、ショートカラム (シリカゲル、溶出: ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をクーゲルロア装置で蒸留し、化合物 A 1 (無色液体、b.p. 252 ～ 255 °C / 100 Pa) を 13.3 g (収率 38%) 得た。

^1H NMR (CDCl₃, 500 MHz): δ = 0.09 (s, 12H), 0.21 (d, J = 2.8 Hz, 36H), 0.52-0.57 (m, 4H), 1.24-1.36 (m, 12H), 4.71 (qq, J = 2.8 Hz, 6H).

^{13}C NMR (CDCl₃, 125 MHz): δ = -0.10, 0.40, 18.06, 23.11, 29.39, 33.56.

[0029] [実施例 1]

< 1, 8-ビス {ジメチル [トリス (ペンチルジメチルシリルオキシ) シリルオキシ] シリル} オクタン (化合物 1 a : R¹ = ペンチル) の合成 (式 1) >

窒素雰囲気下、化合物 A 1 (15.3 g, 19.9 mmol) 及び K a r s t e d t 触媒 (171 mg, Pt として 19.0 ～ 21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-ペンテン (10.6 g, 151 mmol) のヘキサン (20 mL) 溶液を滴下し、室温で 8 時間攪拌した。反応混合物をショートカラム (シリカゲル、溶出: ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出: ヘキサン) によ

り精製し、化合物 1 a（無色液体）を 20.3 g（収率 86%）得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ =0.06(s, 48H), 0.50–0.57(m, 16H), 0.88(t, J=6.9Hz, 18H), 1.22–1.39(m, 48H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ =−0.06, 14.06, 18.15, 18.25, 22.45, 22.85, 23.25, 29.56, 33.76, 35.83.

[0030] [実施例 2]

<1, 8-ビス {ジメチル [トリス (ヘキシルジメチルシリルオキシ) シリルオキシ] シリル} オクタン (化合物 1 b : R^1 =ヘキシル) の合成 (式 1)>

窒素雰囲気下、化合物 A 1 (14.0 g, 18.3 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (114 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-ヘキセン (11.1 g, 132 mmol) のヘキサン (20 mL) 溶液を滴下し、室温で 8 時間攪拌した。反応混合物をショートカラム (シリカゲル、溶出: ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出: ヘキサン) により精製し、化合物 1 b (無色液体) を 20.5 g (収率 88%) 得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ =0.06(s, 48H), 0.50–0.57(m, 16H), 0.88(t, J=7.0Hz, 18H), 1.22–1.38(m, 60H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ =−0.05, 14.16, 18.22, 22.68, 23.16, 23.26, 29.57, 31.73, 33.30, 33.77.

[0031] [実施例 3]

<1, 8-ビス {ジメチル [トリス (ヘプチルジメチルシリルオキシ) シリルオキシ] シリル} オクタン (化合物 1 c : R^1 =ヘプチル) の合成 (式 1)>

窒素雰囲気下、化合物 A 1 (15.0 g, 19.6 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (148 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-ヘプテン (13.7 g, 140 mmol) のヘキサン (20 mL) 溶液を滴下し、室温で 8 時間攪拌した。反応混合物をショ

ートカラム（シリカゲル、溶出：ヘキサン）に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出：ヘキサン）により精製し、化合物 1 c（無色液体）を 24.1 g（収率 91%）得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ = 0.06(s, 48H), 0.50–0.57(m, 16H), 0.88(t, J=7.0Hz, 18H), 1.22–1.38(m, 72H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ = -0.03, 14.13, 18.25, 22.80, 23.24, 23.29, 29.21, 29.60, 31.96, 33.63, 33.79.

[0032] [実施例 4]

<1, 8-ビス {ジメチル [トリス (オクチルジメチルシリルオキシ) シリルオキシ] シリル} オクタン (化合物 1 d : R^1 =オクチル) の合成 (式 1)>

窒素雰囲気下、化合物 A 1 (13.3 g, 17.4 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (187 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-オクテン (14.6 g, 130 mmol) のヘキサン (20 mL) 溶液を滴下し、室温で 8 時間攪拌した。反応混合物をショートカラム（シリカゲル、溶出：ヘキサン）に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出：ヘキサン）により精製し、化合物 1 d（無色液体）を 21.6 g（収率 86%）得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ = 0.06(s, 48H), 0.50–0.57(m, 16H), 0.88(t, J=6.9Hz, 18H), 1.22–1.38(m, 84H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ = -0.04, 14.13, 18.23, 22.74, 23.21, 23.27, 29.39, 29.49, 29.59, 32.04, 33.67, 33.78.

[0033] [実施例 5]

<1, 8-ビス {ジメチル [トリス (ノニルジメチルシリルオキシ) シリルオキシ] シリル} オクタン (化合物 1 e : R^1 =ノニル) の合成 (式 1)>

窒素雰囲気下、化合物 A 1 (12.5 g, 16.3 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (180 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-ノネン (15.1 g, 120 mmol) のヘキサ

ン（20 mL）溶液を滴下し、室温で8時間攪拌した。反応混合物をショートカラム（シリカゲル、溶出：ヘキサン）に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出：ヘキサン）により精製し、化合物1e（無色液体）を22.4 g（収率90%）得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ = 0.06(s, 48H), 0.50–0.57(m, 16H), 0.88(t, J =7.0Hz, 18H), 1.22–1.38(m, 96H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ = -0.04, 14.13, 18.24, 22.75, 23.23, 23.28, 29.49, 29.55, 29.60, 29.70, 32.00, 33.67, 33.79.

[0034] [参考例2]

<1, 8-ビス {ジメチル {メチル [ビス (ジメチルシリルオキシ)] シリルオキシ} シリル} オクタン (化合物A2-Me: R^0 =メチル) の合成 (式4) >

窒素雰囲気下、メチルトリス (ジメチルシリルオキシ) シラン (75.6 g, 282 mmol) 及びKarsstedt触媒 (154 mg, Ptとして19.0~21.5wt%) を含むヘキサン (90 mL) 溶液を5℃に冷却した。これに1, 7-オクタジエン (7.86 g, 71.3 mmol) のヘキサン (50 mL) 溶液を滴下し、5℃~10℃で1時間、10℃~20℃で2時間、室温で8時間攪拌した。反応混合物をショートカラム (シリカゲル、溶出：ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をクーゲルロア装置で蒸留し、化合物A2-Me (無色液体、bp. 228~230℃/60 Pa) を15.5 g (収率34%) 得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ = 0.03(s, 6H), 0.08(s, 12H), 0.20(d, J =2.8Hz, 24H), 0.52–0.57(m, 4H), 1.24–1.37(m, 12H), 4.70(qq, J =2.8Hz, 4H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ = -2.69, 0.04, 0.55, 18.17, 23.17, 29.34, 33.53.

[0035] [実施例6]

<1, 8-ビス {ジメチル {メチル [ビス (ヘキシルジメチルシリルオキシ)] シリルオキシ} シリル} オクタン (化合物2a: R^0 =メチル、 R^1 =ヘキシル) の合成 (式2) >

窒素雰囲気下、化合物A 2-Me (13.7 g, 21.2 mmol) 及びKarsstedt触媒(81 mg, Ptとして19.0~21.5wt%)を含むヘキサン(35 mL)溶液に1-ヘキセン(8.44 g, 100 mmol)のヘキサン(10 mL)溶液を滴下し、室温で4時間攪拌した。反応混合物をショートカラム(シリカゲル、溶出:ヘキサン)に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(溶出:ヘキサン)により精製し、化合物2a(無色液体)を17.3 g(収率83%)得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ = -0.02(s, 6H), 0.06(s, 36H), 0.50-0.57(m, 12H), 0.89(t, J =7.0Hz, 12H), 1.23-1.37(m, 44H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ = -2.02, 0.09, 14.16, 18.29, 22.68, 23.22, 23.29, 29.50, 31.72, 33.24, 33.68.

[0036] [実施例7]

<1, 8-ビス {ジメチル {メチル [ビス (オクチルジメチルシリルオキシ)] シリルオキシ} シリル} オクタン (化合物2b: R^0 =メチル、 R^1 =オクチル) の合成 (式2) >

窒素雰囲気下、化合物A 2-Me (15.5 g, 23.9 mmol) 及びKarsstedt触媒(131 mg, Ptとして19.0~21.5wt%)を含むヘキサン(45 mL)溶液に1-オクテン(12.9 g, 115 mmol)のヘキサン(20 mL)溶液を滴下し、室温で6時間攪拌した。反応混合物をショートカラム(シリカゲル、溶出:ヘキサン)に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(溶出:ヘキサン)により精製し、化合物2b(無色液体)を22.4 g(収率85%)得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ = -0.02(s, 6H), 0.06(s, 36H), 0.50-0.57(m, 12H), 0.88(t, J =7.0Hz, 12H), 1.22-1.38(m, 60H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ = -2.02, 0.10, 14.14, 18.30, 22.74, 23.27, 23.30, 29.38, 29.47, 29.52, 32.04, 33.60, 33.69.

[0037] [実施例8]

<1, 8-ビス {ジメチル {メチル [ビス (デシルジメチルシリルオキシ)]

〕シリルオキシ〕シリル〕オクタン（化合物2c：R⁰=メチル、R¹=デシル）の合成（式2）＞

窒素雰囲気下、化合物A2-Me（9.85g，15.2mmol）及びKarsstedt触媒（96mg，Ptとして19.0～21.5wt%）を含むヘキサン（35mL）溶液に1-デセン（10.3g，73.5mmol）のヘキサン（15mL）溶液を滴下し、室温で6時間攪拌した。反応混合物をショートカラム（シリカゲル、溶出：ヘキサン）に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー（溶出：ヘキサン）により精製し、化合物2c（無色液体）を15.7g（収率86%）得た。

¹H NMR(CDCl₃, 500MHz): δ=-0.02(s, 6H), 0.06(s, 36H), 0.50-0.57(m, 12H), 0.88(t, J=7.0Hz, 12H), 1.22-1.38(m, 76H).

¹³C NMR(CDCl₃, 125MHz): δ=-2.01, 0.10, 14.14, 18.30, 22.75, 23.27, 23.30, 29.43, 29.52, 29.72, 29.77, 32.00, 33.60, 33.69.

[0038] [参考例3]

<1, 8-ビス〔ジメチル〔フェニル〔ビス（ジメチルシリルオキシ）〕シリルオキシ〕シリル〕オクタン（化合物A2-Ph：R⁰=フェニル）の合成（式4）＞

窒素雰囲気下、フェニルトリス（ジメチルシリルオキシ）シラン（69.1g，209mmol）及びKarsstedt触媒（156mg，Ptとして19.0～21.5wt%）を含むヘキサン（50mL）溶液に1, 7-オクタジエン（5.77g，52.4mmol）のヘキサン（50mL）溶液を滴下し、室温で8時間攪拌した。反応混合物をショートカラム（シリカゲル、溶出：ヘキサン）に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をクーゲルロア装置で蒸留し、化合物A2-Ph（無色液体、bp. 273-275℃/70Pa）を18.0g（収率46%）得た。

¹H NMR(CDCl₃, 500MHz): δ=0.10(s, 12H), 0.21(d, J=2.8Hz, 24H), 0.53-0.59(m, 4H), 1.18-1.36(m, 12H), 4.77(qq, J=2.8Hz, 4H), 7.30-7.43(m, 6H), 7.53-7.61(m, 4H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ =0.12, 0.59, 18.20, 23.16, 29.35, 33.54, 127.62, 129.74, 133.81, 134.60.

[0039] [実施例 9]

<1, 8-ビス {ジメチル {フェニル [ビス (ペンチルジメチルシリルオキシ)] シリルオキシ} シリル} オクタン (化合物 3 a : R^0 =フェニル、 R^1 =ペンチル) の合成 (式 2) >

窒素雰囲気下、化合物 A 2-Ph (18.5 g, 24.0 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (150 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-ペンテン (7.99 g, 114 mmol) のヘキサン (25 mL) 溶液を滴下し、室温で 6 時間攪拌した。反応混合物をショートカラム (シリカゲル、溶出: ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出: ヘキサン) により精製し、化合物 3 a (無色液体) を 21.0 g (収率 83%) 得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ =0.08(s, 36H), 0.51-0.59(m, 12H), 0.86(t, J=7.0Hz, 12H), 1.19-1.37(m, 36H), 7.28-7.39(m, 6H), 7.52-7.57(m, 4H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ =0.16, 14.02, 18.23, 18.32, 22.39, 22.86, 23.24, 29.44, 33.64, 35.75, 127.44, 129.39, 133.86, 135.70.

[0040] [実施例 10]

<1, 8-ビス {ジメチル {フェニル [ビス (ヘキシルジメチルシリルオキシ)] シリルオキシ} シリル} オクタン (化合物 3 b : R^0 =フェニル、 R^1 =ヘキシル) の合成 (式 2) >

窒素雰囲気下、化合物 A 2-Ph (17.7 g, 23.0 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (150 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-ヘキセン (9.40 g, 112 mmol) のヘキサン (25 mL) 溶液を滴下し、室温で 6 時間攪拌した。反応混合物をショートカラム (シリカゲル、溶出: ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出: ヘキサン) により精製し、化合物 3 b (無色液体) を 18.5 g (収率 73%) 得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ =0.08(s, 36H), 0.51–0.59(m, 12H), 0.87(t, J =7.0Hz, 12H), 1.18–1.37(m, 44H), 7.28–7.39(m, 6H), 7.52–7.57(m, 4H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ =0.17, 14.15, 18.30, 22.63, 23.17, 23.25, 29.45, 31.66, 33.21, 33.66, 127.44, 129.39, 133.86, 135.70.

[0041] [実施例 1 1]

<1, 8-ビス {ジメチル {フェニル [ビス (オクチルジメチルシリルオキシ)] シリルオキシ} シリル} オクタン (化合物 3 c : R^0 =フェニル、 R^1 =オクチル) の合成 (式 2) >

窒素雰囲気下、化合物 A 2-Ph (17.5 g, 22.6 mmol) 及び Karsstedt 触媒 (144 mg, Pt として 19.0~21.5 wt%) を含むヘキサン (45 mL) 溶液に 1-オクテン (12.3 g, 109 mmol) のヘキサン (25 mL) 溶液を滴下し、室温で 6 時間攪拌した。反応混合物をショートカラム (シリカゲル、溶出: ヘキサン) に通し、溶液を減圧下で濃縮した。残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー (溶出: ヘキサン) により精製し、化合物 3 c (無色液体) を 21.5 g (収率 78%) 得た。

^1H NMR(CDCl_3 , 500MHz): δ =0.08(s, 36H), 0.51–0.59(m, 12H), 0.88(t, J =7.0Hz, 12H), 1.18–1.37(m, 60H), 7.28–7.39(m, 6H), 7.52–7.57(m, 4H).

^{13}C NMR(CDCl_3 , 125MHz): δ =0.18, 14.14, 18.32, 22.72, 23.23, 23.27, 29.34, 29.42, 29.47, 32.01, 33.58, 33.68, 127.44, 129.39, 133.87, 135.70.

[0042] [実施例 1 2]

<化合物 1 a~1 e、2 a~2 c、3 a~3 c の動粘度、粘度指数>

実施例 1~11 で製造した化合物 1 a~1 e、2 a~2 c、3 a~3 c について、動粘度を JIS K 2283 の方法により測定した。また、粘度指数を JIS K 2283 の方法により算出した。化合物 1 a~1 e、2 a~2 c、3 a~3 c の 40℃ と 100℃ の動粘度と、粘度指数を表 1 に示す。

[0043]

[表1]

表 1

化合物	動粘度 (mm^2/s)		粘度指数
	40℃	100℃	
1 a	15.66	5.47	345
1 b	17.21	5.72	324
1 c	19.88	6.26	304
1 d	23.14	6.91	291
1 e	28.30	8.05	282
2 a	11.56	4.06	305
2 b	15.73	4.99	286
2 c	20.94	6.15	274
3 a	18.33	5.75	297
3 b	20.11	6.00	279
3 c	25.07	6.89	259

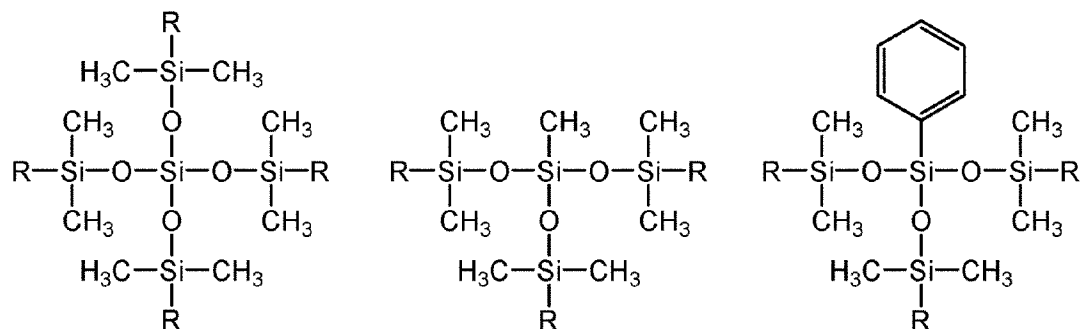
[0044] [比較例]

<化合物 4 a～4 f、5 a～5 d、6 a～6 dの動粘度>

[化8]に示されるテトラキス（アルキルジメチルシリルオキシ）シラン 4 a～4 f、メチルトリス（アルキルジメチルシリルオキシ）シラン 5 a～5 d、フェニルトリス（アルキルジメチルシリルオキシ）シラン 6 a～6 dの動粘度と粘度指数を表2に示す（非特許文献3、4等）。4 aと4 bは、粘度指数が250以上であるが、100℃の動粘度が $3.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ 未満である。これに対し、4 c～4 fは、100℃の動粘度が $3.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ 以上であるが、粘度指数が250未満である。また、5 a～5 d、6 a～6 dにおいては、100℃の動粘度値の大きさに関わらず、粘度指数が250未満である。

[0045]

[化8]



4 a : R=ヘキシル

4 b : R=ヘプチル

4 c : R=オクチル

4 d : R=ノニル

4 e : R=ウンデシル

4 f : R=トリデシル

5 a : R=オクチル

5 b : R=デシル

5 c : R=ドデシル

5 d : R=テトラデシル

6 a : R=ヘキシル

6 b : R=オクチル

6 c : R=デシル

6 d : R=ドデシル

[0046] [表2]

表 2

化合物	動粘度 (mm ² /s)		粘度指数
	40℃	100℃	
4 a	5.72	2.27	290
4 b	7.23	2.67	263
4 c	9.00	3.11	249
4 d	11.10	3.62	247
4 e	16.35	4.79	244
4 f	23.32	6.27	243
5 a	6.17	2.30	242
5 b	9.41	3.14	231
5 c	13.36	4.07	234
5 d	18.38	5.17	240
6 a	6.03	2.27	248
6 b	8.94	2.98	220
6 c	12.88	3.87	219
6 d	17.86	4.90	222

[0047] 本発明の合成潤滑油においては、化合物4 a等が有する分岐状シロキサン構造部分を、化合物1 aのようにアルキレン基でつなぐことにより、100

℃の動粘度が $4.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ を超え、しかも、比較例の化合物と較べ粘度指数が高くなる。このため、本合成油は、常温から 100°C を少なくとも多少超える高温の環境においても好適に使用することができる。また、本合成油の粘度指数（ 250 以上、好ましくは 280 以上）は、現在使用されている精製等の鉱油や合成油PAO（粘度指数 $120 \sim 140$ ）よりも格段に高い。このため、機器の更なる高性能化・長寿命化や機器運転の更なる省エネ化に貢献できるものと考えられる。

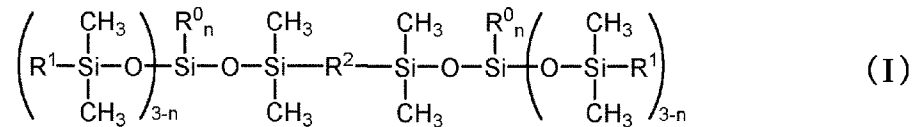
産業上の利用可能性

[0048] 本発明の合成潤滑油は、 100°C の動粘度が $4.0 \sim 9.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、粘度指数が 250 以上であるので、そのまま又は潤滑油組成物の基油などとして、常温から 100°C を少なくとも多少超える高温の環境において好適に使用することができる。

請求の範囲

[請求項1] 下記式(Ⅰ)で表される化合物。

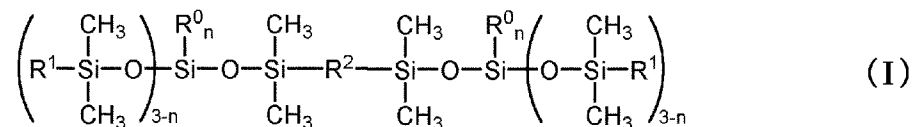
[化1]



(式中、 R^0 はメチル基又はフェニル基である。 R^1 は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。 R^2 は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 n は0又は1である。)

[請求項2] 下記式(Ⅰ)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

[化1]



(式中、 R^0 はメチル基又はフェニル基である。 R^1 は、置換基を有していてもよい炭素数3～10の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なってもよい。 R^2 は、炭素数6～12の直鎖状又は分岐状の2価炭化水素基である。 n は0又は1である。)

[請求項3] 100℃の動粘度が4.0～9.0 mm²/sであり、粘度指数が250以上である請求項2に記載の合成潤滑油。

[請求項4] 請求項2又は3に記載の合成潤滑油を含む潤滑油組成物。

[請求項5] 請求項2又は3に記載の合成潤滑油を基油とする潤滑油組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/038935

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C07F7/08 (2006.01) i, C10M105/76 (2006.01) i, C10N20/02 (2006.01) n,
C10N30/08 (2006.01) n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. C07F7/08, C10M105/76, C10N20/02, C10N30/08

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII), CAplus/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 6-100573 A (TONEN CHEMICAL CORPORATION) 12 April 1994 (Family: none)	1-5



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 December 2019 (02.12.2019)

Date of mailing of the international search report
17 December 2019 (17.12.2019)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/038935

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 52-124484 A (OLIN CORPORATION) 19 October 1977 & JP 52-39632 A & US 4048084 A & US 3965136 A & GB 1505327 A & DE 2642812 A & DE 2642833 A & FR 2351170 A & FR 2325653 A & BE 847398 A & BE 846590 A & NL 7611012 A & ES 451917 A & BR 7607327 A & IT 1078744 B & AU 1726576 A & SE 7701730 A & MX 143890 A	1-5
A	JP 54-17386 A (CASTROL LTD.) 08 February 1979 & GB 1595701 A & DE 2827741 A & FR 2395308 A & BE 868422 A & AU 3741678 A & SE 7807146 A & CA 1103652 A & ZA 7803614 A & IT 1097273 B & AU 524142 B & SE 425608 B & IT 7824927 DO	1-5
A	JP 7-102276 A (AGENCY OF INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY) 18 April 1995 (Family: none)	1-5
A	JP 2010-126607 A (FUJIFILM CORP.) 10 June 2010 (Family: none)	1-5
A	JP 9-316264 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 09 December 1997 (Family: none)	1-5

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C07F7/08(2006.01)i, C10M105/76(2006.01)i, C10N20/02(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C07F7/08, C10M105/76, C10N20/02, C10N30/08

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 9 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 9 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 9 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII), CPlus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 6-100573 A (東燃化学株式会社) 1994. 04. 12 (ファミリーなし)	1-5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 2 . 1 2 . 2 0 1 9

国際調査報告の発送日

1 7 . 1 2 . 2 0 1 9

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

阿久津 江梨子

4 H

5 8 0 8

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 4 3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 52-124484 A (オリン・コーポレーション) 1977. 10. 19 & JP 52-39632 A & US 4048084 A & US 3965136 A & GB 1505327 A & DE 2642812 A & DE 2642833 A & FR 2351170 A & FR 2325653 A & BE 847398 A & BE 846590 A & NL 7611012 A & ES 451917 A & BR 7607327 A & IT 1078744 B & AU 1726576 A & SE 7701730 A & MX 143890 A	1-5
A	JP 54-17386 A (カストロール・リミテツド) 1979. 02. 08 & GB 1595701 A & DE 2827741 A & FR 2395308 A & BE 868422 A & AU 3741678 A & SE 7807146 A & CA 1103652 A & ZA 7803614 A & IT 1097273 B & AU 524142 B & SE 425608 B & IT 7824927 D0	1-5
A	JP 7-102276 A (工業技術院長) 1995. 04. 18 (ファミリーなし)	1-5
A	JP 2010-126607 A (富士フイルム株式会社) 2010. 06. 10 (ファミリーなし)	1-5
A	JP 9-316264 A (信越化学工業株式会社) 1997. 12. 09 (ファミリーなし)	1-5